

**DERWENT- 2000-209873**

**ACC-NO:**

**DERWENT- 200066**

**WEEK:**

**COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD**

**TITLE:** Carbon group heat emitting element for heater -  
has boron nitride with predefined crystal size and  
purity degree is blended along two different  
directions

**PATENT-ASSIGNEE: MITSUBISHI PENCIL CO LTD[MISP]**

**PRIORITY-DATA: 1997JP-0360361 (December 26, 1997)**

**PATENT-FAMILY:**

<b>PUB-NO</b>	<b>PUB-DATE</b>	<b>LANGUAGE</b>	<b>PAGES</b>	<b>MAIN-IPC</b>
<b>JP 11242984</b>	<b>September 7,</b>	<b>N/A</b>	<b>003</b>	<b>H05B</b>
<b>A</b>	<b>1999</b>			<b>003/14</b>

**APPLICATION-DATA:**

<b>PUB-NO</b>	<b>APPL- DESCRIPTOR</b>	<b>APPL-NO</b>	<b>APPL-DATE</b>
<b>JP</b>	<b>N/A</b>	<b>1998JP-</b>	<b>October 1,</b>
<b>11242984A</b>		<b>0280018</b>	<b>1998</b>

**INT-CL (IPC): H05B003/14**

**ABSTRACTED-PUB-NO: JP 11242984A**

**BASIC-ABSTRACT:**

**NOVELTY** - The boron nitride has crystal size of 500 or more A deg. and has purity degree of 99% or more. The boron nitride is blended along two different directions with composition including carbon scum resin after baking process. The obtained disposed material is shaped and baked in non-oxidizing atmosphere.

**USE** - For heaters used in small sized consumer application apparatus, industrial reactor.

**ADVANTAGE** - Provides excellent secular change characteristics or thermal stability.

**CHOSEN-** Dwg.0/0  
**DRAWING:**

**TITLE-** CARBON GROUP HEAT EMIT ELEMENT HEATER  
**TERMS:** BORON NITRIDE PREDEFINED CRYSTAL SIZE  
PURE DEGREE BLEND TWO DIRECTION

**DERWENT-CLASS:** L03 X25

**CPI-CODES:** L03-H04A;

**EPI-CODES:** X25-B01B;

**UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS:** ; 1893U

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers: C2000-065240**

**Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2000-156722**

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-242984

(43)公開日 平成11年(1999)9月7日

(51)Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

H 0 5 B 3/14

H 0 5 B 3/14

F

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 3 頁)

(21)出願番号 特願平10-280018

(22)出願日 平成10年(1998)10月1日

(31)優先権主張番号 特願平9-360361

(32)優先日 平9(1997)12月26日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000005957

三菱鉛筆株式会社

東京都品川区東大井5丁目23番37号

(72)発明者 須田 吉久

東京都品川区東大井5丁目23番37号 三菱

鉛筆株式会社内

(72)発明者 清水 修

東京都品川区東大井5丁目23番37号 三菱

鉛筆株式会社内

(74)代理人 弁理士 石田 敬 (外4名)

(54)【発明の名称】 炭素系発熱体

(57)【要約】

【課題】 熱安定性に優れた炭素系発熱体を提供する。

【解決手段】 賦形性を有し焼成後高い炭素残査収率を示す組成物中に純度99%以上L aおよびL cがいずれも500Å以上の結晶化度を有する窒化硼素を均一に分散させ、得られた分散物を賦形し、非酸化性雰囲気において焼成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 賦形性を有し焼成後実質的に零でない炭素残査収率を示す組成物と、純度99%以上でa軸およびc軸方向のクリスタリットの長さがいずれも500オングストローム以上の結晶化度を有する窒化硼素を混合し、焼成して得られる炭素系発熱体。

【請求項2】 前記組成物は、樹脂を含むことを特徴とする請求項1記載の炭素系発熱体。

【請求項3】 前記組成物中には、カーボンブラック、黒鉛及びコークス粉からなる群から選ばれた1種または2種以上の炭素粉末が含有されていることを特徴とする請求項1または2記載の炭素系発熱体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発熱体として必要な任意の固有抵抗値と形状を有する炭素系発熱体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、抵抗用発熱体としては主としてタングステン線やニクロム線などの金属線加工品と等方性炭素材料やガラス状炭素などの炭素の切削加工品、炭化珪素などの金属化合物が使用されてきた。その中でも金属線の加工品は主として小型の民生機器のヒーター用発熱体として、炭素や金属化合物は産業用炉などに使用されている。

【0003】従来の発熱体用素材の中でも炭素は、金属線などと異なり、発熱速度、発熱効率、遠赤外線の発生効率が良いなど優れた特徴を有している。しかし従来の炭素発熱体は、大きな板形状体やブロック形状体より切削加工により作製するため製造工程が煩雑で高価なうえ細い物や薄い物など作製することが困難である。また、ある規格範囲の固有抵抗値を有するブロック体などから切削するため発熱量の制御は形状を変えるしか方策がないなどの問題点を有している。

【0004】そこで本発明者らは特願平9-258893号において、薄板形状だけでなく細い棒形状体、細い円柱形状体など従来の炭素材料では得ることのできない形状を得ることが可能なうえ任意の固有抵抗値を有することで広範な設定電流・電位の印加による発熱制御が可能で、発熱体としての炭素材料が持つ発熱速度、発熱効率、遠赤外線の発生効率に優れた炭素系発熱体として、賦形性を有し焼成後実質的に零でない炭素残査収率を示す組成物と、金属或いは半金属化合物の一種または二種以上を混合し、焼成することによって、製造される炭素系発熱体を提案した。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら上記出願では、金属あるいは半金属化合物としての窒化硼素の純度または結晶化度（クリスタリットの大きさ）に関する言及はなく、それが通電の際の経年変化或いは熱安定性

に及ぼす影響を及ぼすかが明らかでなかった。したがって本発明の目的は、炭素含有組成物と窒化硼素を混合して焼成することによって得られる炭素系発熱体を使用される窒化硼素の純度または結晶化度と発熱体の特性との関係を明らかにして、その経年変化特性または熱安定性を改善することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、賦形性を有し焼成後実質的に零でない炭素残査収率を示す組成物と、純度99%以上でa軸およびc軸方向のクリスタリットの長さがいずれも500オングストローム以上の結晶化度を有する窒化硼素を混合し、焼成して得られる炭素系発熱体が提供される。

【0007】窒化硼素の純度が99%未満であると連続通電時に不純物の析出のために抵抗値が許されるレベル以上に変化し、クラックが発生する。また、たとえ純度が99%以上であっても結晶化度が上記の値未満であると連続通電時に結晶成長のためにやはり抵抗値が変化しクラックが発生する。前述の組成物としては、不活性ガス雰囲気中での焼成により5%以上の炭化収率を示す有機物質を使用するものである。具体的には、ポリ塩化ビニル、ポリアクリロニトリル、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル-ポリ酢酸ビニル共重合体、ポリアミド等の熱可塑性樹脂、フェノール樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ポリイミド等の熱硬化性樹脂、リグニン、セルロース、トラガントガム、アラビアガム、糖類等の縮合多環芳香族を分子の基本構造内に持つ天然高分子物質、及び前記には含有されない、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物、コナ樹脂等の縮合多環芳香族を分子の基本構造内に持つ合成高分子物質が挙げられる。使用する組成物種と量は、目的とする発熱体の形状により適宜選択され、単独でも二種以上の混合体でも使用することができるが、特にポリ塩化ビニル樹脂、フラン樹脂を使用することが好ましく、炭素の持つ優れた特性を堅持するためにもその使用量は30重量部以上が好ましい。

【0008】前述の組成物中には炭素粉末が含有されていることが好ましい。炭素粉末としては、カーボンブラック、黒鉛、コークス粉等が挙げられるが、使用する炭素粉末種と量は、目的とする発熱体の抵抗値・形状により適宜選択され、単独でも二種以上の混合体でも使用することができるが、特に形状制御の簡易さから黒鉛を使用することが好ましい。

【0009】本発明では、前述の有機物質の焼成により生じる炭素材料及び炭素粉は電気良導体として、そして窒化硼素は導電阻害物質として作用しており、電流は導電阻害物質である窒化硼素を飛び越え、いわゆるホッピングしながら炭素材料またはそれと炭素粉末を媒体として流れる。この為これら2つないし3つの成分の種類やその比率等を変え、それらを均一に混合、分散させ焼成

することにより、所望の固有抵抗値を有する本発明の炭素系発熱体を得ることができる。

【0010】また本発明の炭素系発熱体は、発熱速度、発熱効率、遠赤外線発生効率など発熱体としての優れた特徴を具備し、設計どおりの抵抗値と形状を有するため、設定電流・電位の印加により発熱量を容易に制御することが可能である。但し、発熱量を制御する際には、場合によりかなりの高温になることから、アルゴンガス等の不活性ガス雰囲気とした容器中で使用することで、酸化を防止する必要がある。またこの時遠赤外線発生効率の妨げとならずに高温に耐える石英等の透明な容器を用いることが望ましい。

【0011】

【発明の実施の形態】以下に、本発明による炭素系発熱体の製造方法を説明する。まず、組成物と窒化硼素とを混練機を用いて良く混合させる。得られた混合体を、真空成型機、射出成型機、押し出し成型機などの既存の成形手法により設計形状に賦形する。次に賦形体を、炭素前駆体処理し、得られた炭素前駆体を窒素、アルゴン等の不活性ガス雰囲気中もしくは真空下で1000℃程度、好ましくは2000℃程度まで加熱昇温し、炭素化し炭素系発熱体を得る。昇温速度は、特に500℃迄は3~100℃/h、好ましくは5~50℃/hとゆっくりと焼成するのが適当で、昇温速度が大きいと変形したり微細なクラックが生じるなどの欠陥が生じる。したがって、500℃迄は100℃/h以上の昇温速度を避けた方がよい。

【0012】本発明の炭素系発熱体は、発熱速度、発熱効率、遠赤外線発生効率など発熱体としての優れた特徴を具備し、設計どおりの抵抗値と形状を有するため、設定電流・電位の印加により発熱量を容易に制御することが可能である。

【0013】

【実施例】以下に、実施例によって本発明を更に具体的に説明するが、本願発明はこの実施例によって何等限定されるものではない。

(実施例1) 塩素化塩化ビニル樹脂(日本カーバイド社製 T-741) 40重量%に天然黒鉛微粉末(日本黒鉛製 平均粒径5μm) 5重量%を複合した組成物、窒化硼素(信越化学工業製 平均粒径2μm、純度99.5%、結晶化度(Lc: 730Å, La: 720Å)) 55重量%に対し、可塑剤としてジアリルフタレートモノマー20重量%を添加して、ヘンシェルミキサーを用

いて分散した後、表面温度を120℃に保ったミキシング用二本ロールを用いて十分に混練を繰り返して組成物を得、ペレタイザーによってペレット化し、成形用組成物を得た。このペレットをスクリュウ型押出機で直径1.5mmφのダイスを用い脱気を行いつつ130℃で3m/秒の速度で押し出し、これを200℃に加熱されたエアオープン中で10時間処理してプレカーサー(炭素前駆体)線材とした。次に、これを窒素ガス雰囲気中で1800℃で焼成し、円柱状の炭素系発熱体を得た。

【0014】得られた炭素系発熱体は断面の直径1.2mmφ、曲げ強度が300MPaであった。ホイートストンブリッジ法により固有抵抗を測定したところ、 $15.2 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の値を有していた。この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気中の石英管中で通電したところ100Vで瞬時1500℃に達するとともに、遠赤外線の放射が確認できた。また使用中にクラックの発生もなく安定した発熱量を得ることができた。

(比較例1) 塩素化塩化ビニル樹脂(日本カーバイド社製 T-741) 40重量%に天然黒鉛微粉末(日本黒鉛製 平均粒径5μm) 5重量%を複合した組成物、窒化硼素(信越化学工業製 平均粒径2μm、純度98.3%、結晶化度(Lc: 480Å, La: 450Å)) 55重量%に対し、可塑剤としてジアリルフタレートモノマー20重量%を添加して、分散、混合し、押し出し成形を行い、エアオープン中で10時間処理してプレカーサー(炭素前駆体)線材とし、その後窒素ガス雰囲気中で1800℃で焼成し、円柱状の炭素系発熱体を得た。

【0015】得られた炭素系発熱体は断面の直径1.2mmφ、曲げ強度が290MPaであった。ホイートストンブリッジ法により固有抵抗を測定したところ、 $14.5 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ の値を有していた。この炭素系発熱体を長さ300mmに切断し、端部にリードを接続し、アルゴンガス雰囲気中の石英管中で通電したところ100Vで瞬時1500℃に達するとともに、遠赤外線の放射が確認できたが、連続使用中にクラックの発生、抵抗値の減少が生じ、安定した発熱量を得ることができなかった。

【0016】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、経年変化特性または熱安定性に優れた炭素系発熱体が提供される。